

AB

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-009009

(43)Date of publication of application : 19.01.1993

(51)Int.Cl. C01B 13/14  
C01G 23/04  
C22C 1/00

(21)Application number : 03-158539 (71)Applicant : YAMADA OSAMU  
OSAKA SANGYO UNIV

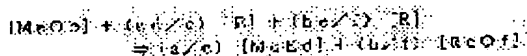
(22)Date of filing : 28.06.1991 (72)Inventor : YAMADA OSAMU

## (54) PRODUCTION OF INTERMETALLIC COMPOUND AND CERAMICS

## (57)Abstract:

PURPOSE: To inexpensively and rapidly obtain the intermetallic compd. and ceramics by adding a specific diluent to a mixture composed of (non) metallic oxides and (non)metallic elements to effect reaction.

CONSTITUTION: The intermetallic compd. or ceramic powder is added as the diluent to the mixture composed of the (non)metallic oxides and the (non) metallic elements and while the reaction temp. is controlled under 0.1 to 30atm, the mixture is brought into reaction in accordance with formula [(a) to (f) are positive integers; [MaOb] is the (non)metallic oxide; E, R are the (non)metallic elements; [McEd] is the intermetallic compd., nonoxide ceramics; [ReOf] is the oxide ceramics; M is 1 among Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Tc, Ru, Rh, Pb, Ag, Re, Os, Ir, Pt, and Au; E is at least one among B, C, N, Al, Si, P, S, Sc, Ti, V, Cr, Y, Zr, Nb, etc.; R is at least one among B, Mg, Al, Si, Ca, lanthanoid element, etc.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.12.1994

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2609376

[Date of registration] 13.02.1997

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

AB

(10) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2609376号

(45) 発行日 平成9年(1997)5月14日

(24) 登録日 平成9年(1997)2月13日

(51) IntCl <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 B 13/14			C 0 1 B 13/14	Z
C 0 1 F 7/42			C 0 1 F 7/42	
C 2 2 C 1/00			C 2 2 C 1/00	Q
1/02	5 0 1		1/02	5 0 1 C

請求項の項1(全 3 頁)

(21) 出願番号	特願平3-158539	(73) 特許権者	591141773 山田 修 大阪府高槻市東上牧3丁目27番1号
(22) 出願日	平成3年(1991)6月28日	(73) 特許権者	591141784 学校法人大阪音楽大学 大阪府大阪市中央区3丁目1番1号
(65) 公開番号	特開平5-9009 ✓	(72) 発明者	山田 修 高槻市東上牧3丁目27番1号
(43) 公開日	平成5年(1993)1月19日	(74) 代理人	弁理士 鶴田 文二 (外2名)
		審査官	平塚 政宏
		(56) 参考文献	特開 平3-166326 (J P, A) 特公 昭53-41630 (J P, B 2) 特公 平1-40899 (J P, B 2)

(54) 【発明の名称】 金属間化合物およびセラミックスの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 反応式  $[MaOb] + (ad/c)[E] + (be/f)[R] = (a/c)[McEd] + (b/f)[ReOf]$  の原料  $[MaOb]$ 、 $[E]$  および  $[R]$  に、反応式  $c[M] + d[E] = [McEd]$  の原料  $[M]$  および  $[E]$  を混合することによって、反応温度を制御しながら合成することの特徴とする  $[McEd]$  および  $[ReOf]$  の製造方法。ここで、 $a$ 、 $b$ 、 $c$ 、 $d$ 、 $e$ 、 $f$  はそれぞれ正の整数で化学式中の構成元素数を示し、 $[MaOb]$  は金属酸化物、 $[E]$  は元素、 $[R]$  は元素、 $[M]$  は元素、 $[McEd]$  は金属間化合物および非酸化物セラミックス、 $[ReOf]$  は酸化物セラミックスを示す。上記化学式中の記号  $M$  が  $Mn$ 、 $Fe$ 、 $Co$ 、 $Ni$ 、 $Cu$ 、 $Zn$ 、 $Tc$ 、 $Ru$ 、 $Rh$ 、 $Pd$ 、 $Ag$ 、 $Re$ 、 $Os$ 、 $I$

$r$ 、 $Pt$ 、 $Au$  元素のうちの少なくとも一つ、化学式中の記号  $O$  が  $O$  元素、化学式中の記号  $E$  が  $B$ 、 $C$ 、 $N$ 、 $Al$ 、 $Si$ 、 $P$ 、 $S$ 、 $Sc$ 、 $Ti$ 、 $V$ 、 $Cr$ 、 $Y$ 、 $Zr$ 、 $Nb$ 、 $Mo$ 、 $Hf$ 、 $Ta$ 、 $W$  およびランタノイド元素のうちの少なくとも一つ、化学式中の記号  $R$  が  $B$ 、 $Mg$ 、 $Al$ 、 $Si$ 、 $Ca$ 、 $Sc$ 、 $Ti$ 、 $Y$ 、 $Zr$ 、 $Hf$  およびランタノイド元素のうちの少なくとも一つである。

10 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、金属間化合物およびセラミックスの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術とその課題】 従来、金属間化合物やセラミ

ックスの合成には、1000℃から2000℃前後の炉を用いて、雰囲気制御しながら外部加熱を行わなければならない。

【0003】このため、金属間化合物やセラミックスの製造には、膨大なエネルギーと、大型の加熱機構を必要とし、これが製造コストを大きくする一因になっている。

【0004】そこで、この発明は、外部加熱を行なうことなく、あるいは通常の合成温度よりはるかに低い温度で予熱するだけで、金属間化合物やセラミックスを安価にかつ短時間で製造することができる方法を提供しようとするものである。

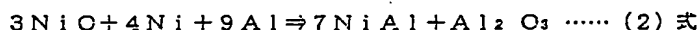
【0005】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するために、この発明は、次式の反応式によって、金属間化合物とセラミックスの合成を行なうようにしたのである。

【0006】すなわち、反応式  $[MaOb] + (ad/c)[E] + (be/f)[R] = (a/c)[McEd] + (b/f)[ReOf]$  の原料である  $[MaOb]$ 、 $[E]$  および  $[R]$  に、反応式  $c[M] + d[E] = [McEd]$  の原料である  $[M]$  および  $[E]$  を混合することによって、それら2つの反応式が組合さり、よって反応温度の制御が可能となることを特徴とする化学反応による合成である。

【0007】ここで、 $a$ 、 $b$ 、 $c$ 、 $d$ 、 $e$ 、 $f$  はそれぞれ正の整数で化学式中の構成元素数を示し、 $[MaOb]$  は金属酸化物、 $[E]$  は元素、 $[R]$  は元素、 $[M]$  は元素、 $[McEd]$  は金属間化合物および非酸化物セラミックス、 $[ReOf]$  は酸化物セラミックスを示す。

【0008】上記化学式中の記号MがMn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Tc、Ru、Rh、Pd、Ag、Re、Os、Ir、Pt、Au元素のうちの少なくとも一つ、化学式中の記号OがO元素、化学式中の記号EがB、C、N、Al、Si、P、S、Sc、Ti、V、Cr、Y、Zr、Nb、Mo、Hf、Ta、Wおよびランタノイド元素のうちの少なくとも一つ、化学式中の記号RがB、Mg、Al、Si、Ca、Sc、Ti、Y、Zr、Hfおよびランタノイド元素のうちの少なくとも一つ



混合粉末の一部を内径26mm、高さ60mmの円筒形で底部に直径10mmの穴をあけたポーラスなカーボン坩堝に充填し、高圧反応容器に収納した後、80気圧のアルゴン雰囲気下で上部一端をカーボンヒーターで加熱して着火することにより、Alの酸化燃焼反応を誘導し、原料中のNiに加えて還元されたNiはAlと反応してNiAlを合成しながら、燃焼反応が下端まで連鎖的に進行した。燃焼温度は2507Kで二相とも溶解し、比重の大きいNiAlのみが底部の穴から流れだし、下に配置した黒鉛鑄型に流れこんで鑄造することが出来た。溶解

\*とも一つである。

【0009】

【作用】上記の反応式によると、非常に高い反応熱が得られ、この反応熱を金属間化合物やセラミックスの合成に必要なエネルギーとして利用することができるため、金属間化合物やセラミックスの合成を、外部加熱を行なうことなく、あるいは通常の合成温度よりはるかに低い温度で予熱するだけで短時間に行なうことができる。

【0010】

【実施例】以下、この発明のより具体的な実施例を説明する。

【0011】

実施例 1

NiO粉末（純度99.95%、平均粒径5μm）、Ni粉末（純度99.99%、粒径1μm以下）、B粉末（純度99%、粒径1μm以下）、Al粉末（純度99.99%、平均粒径2μm）を（1）式の反応式に示されるモル比で振動ミルを用いて乾式混合した。

【0012】 $3NiO + Ni + 4B + 2Al \Rightarrow 4NiB + Al_2O_3 \dots\dots (1)$  式混合粉末の一部を金型プレスを用いて直径15mm、高さ30mmの円柱状に成形した。この成形体をカーボンプレートに乗せ、大気中で成形体の上端面をアーク放電で加熱して着火することにより、Alの酸化燃焼反応を誘導し、原料中のNiに加えて還元されたNiはBと反応してNiBを合成しながら、燃焼反応が下端まで連鎖的に進行した。

【0013】粉末X線回折から主な生成相はNiBとAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>であった。燃焼温度は2557Kで、生成物のNiBとAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>は両者とも溶解していた。得られた生成物は二相に分離しておりNiBのボタン状インゴットの回りをAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が被覆していた。

【0014】

実施例 2

NiO粉末（純度99.95%、平均粒径5μm）、Ni粉末（純度99.99%、粒径1μm以下）、Al粉末（純度99.99%、平均粒径2μm）を（2）式の反応式に示されるモル比で振動ミルを用いて乾式混合した。

【0015】

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>はカーボン坩堝の壁面に固化した。鑄造NiAlは緻密化しており、鼻は認められなかった。

【0016】

【発明の効果】以上のように、この発明は、反応熱を金属間化合物やセラミックスの合成に必要なエネルギーとして利用するため、この発明によれば、外部加熱を行なうことなく合成と鑄造ができるので、装置自体を簡略化できると共に、製造コストを著しく低減することができるという効果がある。

【0017】また、この発明では、原料の金属元素の一

5

部が、金属磁化物に置き換えられるので、より安価に製造することができると共に、資源的にも安定供給が可能

6

であるという効果がある。

\*\*\* 検索回答[S1] \*\*\* ファイル(P) 様式(P008) 2000/12/27 1/ 1  
\*\*\* 特許出願 平03-158539[H 3. 6. 28] 請求(1) 出願種別(通常) \*\*\*  
特開平05- 9G09[H 5. 1. 19] 特公 [登録2609376[H 9. 2. 13] 公報発行日[H 9. 5. 14]]

名称 金属間化合物およびセラミックスの製造方法

出願人 27- 山田 修  
27- 大阪産業大学：(学)

発明者 山田 修

I P C C01B 13/14 C01F 7/42 C22C 1/00

C22C 1/02 , 501

F I C01B 13/14 Z C01G 23/04 Z C22C 1/02 , 501C

C22C 1/00 Q C01F 7/42 C22C 1/00 D

広域 132, 122, 123, 133 ( )

代理人 鎌田 文二 (7420) 他(0)

優先権 ( ) [ ] ( ) [ ] ( ) [ ] ( )

関連種別 ( ) 原出願番号 ( ) 原登録番号 ( - )

基準日 (出願日) [平 3. 6. 28] 遡及日 [ ] ( )

審査異議有効数 ( ) 請求項の数 (001) 権利譲渡/実施許諾 (共に無し)

査定種別 (登録査定) [平 8. 12. 3] 最終処分 (登録) [平 9. 2. 13]

審査種別 (通常審査)

審査記録

(A821 手続補足, 平 3. 7. 3, : )	(A63 願書, 平 3. 6. 28, 14000: )
(A961 職権訂正, 平 4. 3. 4, : )	(A523 補正書, 平 3. 11. 20, : )
(A961 職権訂正, 平 4. 3. 4, : )	(A961 職権訂正, 平 4. 3. 4, : )
(A621 審査請求, 平 6. 12. 6, 00500: )	(A972001 要約職権, 平 4. 5. 20, : )
(A971007 検索報告, 平 8. 2. 26, : )	(A961 職権訂正, 平 7. 2. 20, : )
(A131 拒絶理由, 平 8. 8. 20, : )	(A971011 利用状況, 平 8. 7. 31, : )
(A523 補正書, 平 8. 10. 21, : )	(A53 意見書, 平 8. 10. 21, : )
(A961 職権訂正, 平 8. 11. 14, : )	(A961 職権訂正, 平 8. 11. 14, : )
(A61 登録納付, 平 8. 12. 26, : )	(A01 登録査定, 平 8. 12. 3, : )

\*\*\* 審判 [ ] 種別[ ] \*\*\*

審判請求人 -

請求人代理人 ( ) 異議有効数 ( )

被請求人 -

異議申立人 ( ) -

異議申立請求項 ( ) ( ) 異議決定種別 ( ) [ ]

審判最終処分 ( ) 確定日 [ ]

異議決定分類 ( ) - - - - -

審決分類 - - - - -

審判/異議記録

登録記録 (R20 年金納付, 平12. 2. 2, :01)

(R250 年金領収, 平12. 2. 15, :01)

最終納付年分 4年分

本権利抹消日 [ ] 閉鎖登録日 [ ]

権利者 27- 山田 修

27- 大阪産業大学：(学)